

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Re the Application of:

Keishi MATSUMOTO et al.

Art Unit: 3679

Application No.: 10/765,837

Examiner: Not yet assigned

Filed: January 29, 2004

Attorney Dkt. No.: 12014-0025

For: THREADED JOINT FOR STEEL PIPES

**CLAIM OF PRIORITY**

Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

August 3, 2004

Sir:

Applicants for the above-identified application, by their attorney, hereby claims priority under the International Convention of **Japanese Patent Application No. 2002-159563**, filed **May 31, 2002**, and acknowledged in the Declaration of the subject application. A certified copy of the Application is attached.

Respectfully submitted,  
CLARK & BRODY

Christopher W. Brody  
Registration No. 33,613

**Customer No. 22902**  
1750 K Street NW, Suite 600  
Washington DC 20006  
Telephone: 202-835-1111  
Facsimile: 202-835-1755

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日  
Date of Application: 2002年 5月31日

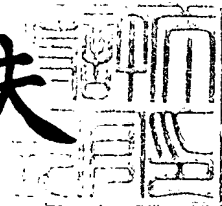
出願番号  
Application Number: 特願2002-159563  
[ST. 10/C]: [JP2002-159563]

出願人  
Applicant(s): 住友金属工業株式会社

2004年 1月29日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井康夫



CERTIFIED COPY OF  
PRIORITY DOCUMENT

出証番号 出証特2004-3004170

【書類名】 特許願

【整理番号】 S1X5315P

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 B05D 7/14

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号 住友金属工業株式会社内

【氏名】 松本 圭司

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号 住友金属工業株式会社内

【氏名】 後藤 邦夫

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号 住友金属工業株式会社内

【氏名】 安楽 敏朗

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号 住友金属工業株式会社内

【氏名】 永作 重夫

【発明者】

【住所又は居所】 奈良県大和郡山市額田部北町1021番地 大同化学株式会社奈良生産技術事業所内

【氏名】 山本 秀男

【特許出願人】

【識別番号】 000002118

【住所又は居所】 大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

【氏名又は名称】 住友金属工業株式会社

## 【代理人】

【識別番号】 100081352

【住所又は居所】 東京都中央区日本橋本町 4 丁目 4 番 2 号東山ビル 広瀬  
内外特許事務所

## 【弁理士】

【氏名又は名称】 広瀬 章一

## 【手数料の表示】

【予納台帳番号】 000365

【納付金額】 21,000円

## 【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9708159

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 油井管用ねじ継手

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 ねじ部とねじ無し金属接触部とを有する接触表面をそれぞれ備えたピンとボックスとから構成される鋼管用ねじ継手において、ボックスとピンの少なくとも一方の接触表面に、0℃以上、40℃以下の温度域で液体状態の潤滑層と、その上に形成された40℃で固体状態の潤滑層とからなる潤滑被膜を有することを特徴とする鋼管用ねじ継手。

【請求項 2】 ねじ部とねじ無し金属接触部とを有する接触表面をそれぞれ備えたピンとボックスとから構成される鋼管用ねじ継手において、ボックスとピンの少なくとも一方の接触表面に、0℃以上、40℃以下の温度域で液体状態の潤滑油と、40℃で固体状態のワックスとの混合物からなる、40℃で固体または半固体の潤滑被膜を有することを特徴とする鋼管用ねじ継手。

【請求項 3】 前記液体状態の潤滑層または液体状態の潤滑油が鉱物油、合成エステル油、動植物油および塩基性有機酸金属塩の 1 種または 2 種以上からなる、請求項 1 または 2 記載の鋼管用ねじ継手。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】

本発明は、表面に潤滑被膜を有する鋼管用ねじ継手に関し、より詳しくは、耐焼付き性に優れ、締付け・緩めの繰り返しが可能であると同時に、べとつきが小さく、異物が付着しにくい鋼管用ねじ継手に関する。

【0 0 0 2】

【従来の技術】

原油やガス油といった油井の掘削に用いるチュービングやケーシング等の油井管は、一般にねじ継手を用いて接続される。油井の深さは、従来は2000～3000mであったが、近年の海洋油田などの深油井では8000～10000 mにも達することがある。

【0 0 0 3】

油井管の接続に使用する鋼管用ねじ継手には、使用環境下で油井管および継手自体の重量に起因する軸方向引張力といった荷重、内外面圧力などの複合した圧力、さらには地中の熱が作用する。従って、鋼管用ねじ継手には、このような過酷な環境下においても破損することなく気密性を保持することが要求される。

#### 【0004】

さらに、油井管の降下作業時には、組立の不具合を修正するため、一度締め込んだ継手を緩めて、再度締め直すことがよくある。API（米国石油協会）では、チュービング継手においては10回の、ケーシング継手においては3回の、締め付け（メイクアップ）と緩め（ブレイクアウト）を行っても、ゴーリングと呼ばれる修復不可能な焼付きの発生がなく、気密性が保持されることを求めている。

#### 【0005】

近年、ねじ部に加えて、ねじ無し金属接触部を有する、メタルシールが可能な、気密性に優れた特殊ねじ継手が普及してきた。この種のねじ継手は、典型的には、油井管の管端の外面に形成された、雄ねじ部とその先端のねじ無し金属接触部とを備えたピンと、スリーブ状の継手部材の内面に形成された、ピンに嵌合する形状の雌ねじ部とその奥のねじ無し金属接触部とを備えたボックスとから構成される。ピンをボックスに嵌め込み、ねじで締め付けることにより、ピンとボックスのねじ無し金属接触部同士が当接してメタルシール部が形成される。

#### 【0006】

油井管の使用環境下で上記ねじ継手のメタルシールによって十分なシール性を確保するには、ねじ無し金属接触部に非常に高い面圧を付与しなければならないため、この種のねじ継手は焼付きが発生しやすい。そのため、締め付け時に金属接触部やねじ部にコンパウンドグリスと呼ばれる、常温で粘稠液状の潤滑グリスを予め塗布して、耐焼付き性と気密性の向上を図ってきた。

#### 【0007】

しかし、コンパウンドグリスは、Pb、Zn、Cuといった重金属粉を多量に含有するため、塗布したグリスが洗い流されると環境汚染を引き起こす懸念がある。また、コンパウンドグリスの塗布は、作業環境を悪化させるとともに、作業効率も低下させる。従って、コンパウンドグリス等の潤滑グリスの塗布を必要としない

ねじ継手が望まれている。

【0008】

潤滑グリスを使用しないねじ継手として、特開平8-103724号（特許第3,056,646号）、同8-233163号、同8-233164号各公報には、エポキシ樹脂等の樹脂中に二硫化モリブデン等の固体潤滑剤を多量に分散混合した、固体潤滑剤を基材とする潤滑被膜（以下、固体潤滑被膜という）をボックスまたはピンのねじ無し金属接触部に形成したねじ継手が提案されている。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】

しかし、固体潤滑被膜は、ねじ継手のねじやねじ無し金属接触部の形状に沿って均一な厚さに形成することが容易ではない。被膜の厚みが不均一であると、厚みが過大な部分では、ねじ継手の締結時に面圧が過大となり、締付けトルクが高くなったり、ねじ山形状の変形を生じて、焼付きが起り易くなる。反対に、潤滑被膜が薄い部分では、潤滑不良や錆が発生し易くなる。

【0010】

また、固体潤滑被膜は、たとえ均一な厚みで形成されていても、ねじ継手の締付け・緩めを繰り返した場合や、異物が存在する条件下では、焼付きが起り易い。異物の存在は、例えば、油井管を組立のために直立させる際、内面に付着していた錆や、錆を除去するために投入したブラスト砥粒などが落下し、その一部がねじ部やねじ無し金属接触部に付着することで起こる。

【0011】

固体潤滑被膜は、延性や流動性に乏しく、しかも剥離し易いため、上記条件下では、締め付け時にねじ山やねじ無し金属接触部に局部的に過大な面圧がかかり、その部分のねじ継手に塑性変形が起こって固体潤滑被膜が剥離し、被膜のない金属面が露出することがある。そうすると、金属の露出部が小さくても、焼付きがすぐに発生する。

【0012】

さらに、固体潤滑被膜は防錆性も不十分であり、油井現場で使用する前の保管中のねじ継手の錆を十分に防止できない。錆は潤滑性に乏しいため、錆の発生と

それに伴う固体潤滑被膜の膨れまたは剥離が起こると、継手締結時の締付けトルクが一層不安定になり、焼付きが発生したり、気密性が低下することがある。

#### 【0013】

一方、常温で液状で、流動性のある潤滑グリスや油といった液状潤滑剤を塗布した場合には、締め込みによる圧力でねじ山の隙間や表面粗さの谷部に閉じ込められた潤滑剤がしみ出てくるため、局部的に過大な面圧がかかっても、その部分にも潤滑剤が回り込み、激しい焼付きには至らない。この作用は、液状潤滑の自己補修機能と呼ばれ、一般に液体潤滑剤の流動性が高い（粘性が低い）ほど、自己補修機能が高くなる。また、液状潤滑剤は防錆性も高い。

#### 【0014】

しかし、従来の液状潤滑剤では、メタルシール部を有するねじ継手に使用可能な耐焼付き性が高いものは、コンパウンドグリスのように多量の重金属を含有しているため、環境面で問題があった。また、潤滑グリスの塗布により、ねじ継手の表面がべたつくようになり、塵、砂、ゴミなどの異物がねじ部やねじ無し金属接触部に付着し易くなる。特に、組立時に油井管を直立させる際には、前述したように錆やブラスト砥粒が油井管を落下するが、ねじ継手の表面がべたついていると、これらが大量に付着する。その結果、たとえ自己補修機能が期待できる液状の潤滑グリスでも、潤滑性が低下し、締付け・緩めを繰り返した場合に焼付きが発生し易くなる。

#### 【0015】

本発明は、上述した固体潤滑被膜および液状グリスの問題点がいずれも軽減または解消された鋼管用ねじ継手を提供することを課題とする。

より具体的には、重金属を含む潤滑グリスを使用することなく、耐焼付き性と防錆性に優れ、かつ表面のべとつきの少ない潤滑被膜が形成された、鋼管用ねじ継手を提供することが本発明の課題である。

#### 【0016】

##### 【課題を解決するための手段】

前述したように、自己補修機能を有し、防錆性も良好な液状潤滑剤の方が、繰り返しの締付け・緩めに対する耐焼付き性が求められる鋼管用ねじ継手の潤滑に



は有利である。しかし、このような耐焼付き性をメタルシール部に付与できるような高度の潤滑性を確保するには、液状潤滑剤に重金属粉を多量に含有させる必要があり、環境面での問題を生ずる。潤滑油だけでは、薄くしか塗布できず、潤滑性が不足するからである。また、耐焼付き性の低下原因となる異物の付着を防止するには、表面のべとつきを極力抑制する必要がある。一方、固体潤滑被膜にはこのような問題はない。

#### 【0017】

本発明者らは、液状潤滑剤と固体潤滑剤の両者を併用することで、前述した課題を解決できることを見出した。具体的には、(1) 液状潤滑剤の層の上に固体潤滑剤の層を形成した潤滑被膜、または(2) 液状潤滑剤と固体潤滑剤であるワックスとの混合物からなる潤滑被膜、のいずれかをねじ継手の表面に形成する。

#### 【0018】

本発明により、下記(1) および(2) の鋼管用ねじ継手が提供される。

(1) ねじ部とねじ無し金属接触部とを有する接触表面をそれぞれ備えたピンとボックスとから構成される鋼管用ねじ継手において、ボックスとピンの少なくとも一方の接触表面に、0℃以上、40℃以下の温度域で液体状態の潤滑層と、その上に形成された40℃で固体状態の潤滑層とからなる潤滑被膜を有することを特徴とする鋼管用ねじ継手。

#### 【0019】

(2) ねじ部とねじ無し金属接触部とを有する接触表面をそれぞれ備えたピンとボックスとから構成される鋼管用ねじ継手において、ボックスとピンの少なくとも一方の接触表面に、0℃以上、40℃以下の温度域で液体状態の潤滑油と、40℃で固体状態のワックスとの混合物からなる、40℃で固体または半固体の潤滑被膜を有することを特徴とする鋼管用ねじ継手。

#### 【0020】

また、0℃以上、40℃以下の温度域とは、保管、運搬および組立て中に油井管が曝される一般的な温度範囲である。

(1) の2層からなる潤滑被膜は、表層が固体層であるため、べとついておらず、被膜表面に異物が付着しにくい。また、表層の固体層は、締付け・緩めによっ

て過大な面圧を受けると、比較的簡単に破壊され、下層の液状潤滑剤が現れるので、表層が固体であっても、液状潤滑による自己補修機能を利用した高い耐焼付き性を得ることができる。また、最初の下層の液状潤滑層を形成することで、ねじ継手の表面の凹凸が潤滑層で平坦化されるので、表層の固体潤滑層を均一な厚みで形成することが容易となり、固体潤滑層の厚みのバラツキによる局所的な過大な面圧発生が抑制される。

#### 【0021】

(2) の場合、常温で液体の潤滑油と常温で固体のワックスとの混合物を、これが液体状態になる温度に加熱して塗布し、この混合物からなる潤滑被膜を形成する。こうして形成された潤滑被膜は、常温では固体または半固体であり、温度がある程度上昇すると液体状態になる。常温への冷却によりワックスが固化する際に、単にワックスだけが凝固するのではなく、ワックスが潤滑油と適度に相溶して、ワックスが潤滑油を取り込んだ状態で固化するため、固体または半固体の潤滑被膜が生成するものと考えられるが、詳細については不明である。

#### 【0022】

この潤滑被膜は、常温での保管時には、固体または半固体であって、表面のべとつきが抑えられ、異物が付着しにくい。しかし、締付け・緩めの際には、発生する摩擦熱によって即座にワックスが融解し、被膜全体が液状化する。従って、前述のような液体潤滑による自己補修機能が得られ、焼付きを防止することができる。この1層の潤滑被膜は、塗布が1回で済むため、ねじ継手の製造工程は、上記(1) の場合より簡略化される。

#### 【0023】

このように、(1) と(2) のいずれにおいても、液体潤滑による自己補修機能を利用した高い耐焼付き性と、表面のべとつき抑制を両立させることができる。

さらに、これらのいずれにおいても、(1) では上層の固体潤滑層により、(2) では共存する固体ワックスにより、液状潤滑剤が拘束される結果、ねじ継手の接触表面上には、焼付き防止や自己修復機能の発揮に十分な量の液状潤滑剤が保持される。そのため、重金属粉を混入せずに、繰り返しの締付け・緩めに耐える優れた耐焼付き性が確保される。

## 【0024】

## 【発明の実施の形態】

以下、本発明をより具体的に説明する。

図1に示すように、典型的な鋼管用ねじ継手は、油井管の管端の外面に形成された雄ねじ部3とその手前側のねじ無し金属接触部8とを備えたなるピン1と、スリーブ状のねじ継手部材の内面に形成された雌ねじ部4とねじ無し金属接触部8とを備えたボックス2とで構成される。但し、これとは逆に、ピンを継手部材に、ボックスを油井管に形成することもでき、あるいは油井管と継手部材のそれぞれが、一端にピンを、他端にボックスを有していてもよい。

## 【0025】

ピンおよびボックスのいずれも、ねじ部とねじ無し金属接触部が、ねじ継手の接触表面となる。本発明では、ピンとボックスの少なくとも一方の接触表面に、上記(1)または(2)に記載した潤滑被膜が形成されている。潤滑被膜は、ピンとボックスのいずれか一方の接触表面だけに形成すれば十分であるが、もちろん、ピンとボックスの両方の接触表面に形成してもよい。接触表面は、その全面に潤滑被膜が形成されることが好ましいが、接触表面の一部だけに潤滑被膜を形成することも可能である。その場合には、焼付きが起り易い、メタルシールを形成するねじ無し金属接触部に潤滑被膜を形成することが好ましい。

## 【0026】

上記(1)に記載した本発明の態様では、接触表面は、0℃以上、40℃以下の温度域で液体状態の潤滑層（以下、液体層と略記）と、その上に形成された40℃で固体状態の潤滑層（以下、固体層と略記）の2層からなる潤滑被膜を有する。即ち、接触表面にまず液状潤滑剤（代表的には潤滑油）を塗布して液体層を形成し、その後に固体層を形成する。

## 【0027】

下層の液体層の厚みは 0.5～1000  $\mu\text{m}$  の範囲が好ましい。この範囲では、焼付き防止に必要な潤滑性が得られる。また、液体層が厚すぎることによって生じる、上層の固体層がずれて破れ易くなる現象も、この範囲の膜厚では起こらない。液体層のより好ましい厚みは 1～100  $\mu\text{m}$  である。

## 【0028】

上層の固体層の厚みは1~200  $\mu\text{m}$ の範囲が好ましい。この範囲では、ちょっとした接触では破れない十分な被膜強度が得られると同時に、ねじ継手の締付けによって固体層が破れた後、液体層の持つ自己補修機能を阻害することがない。固体層のより好ましい厚みは1~50  $\mu\text{m}$ である。

## 【0029】

液体層は、0~40℃の温度域で液状の潤滑油により構成することが好ましい。潤滑油は、鉱物油、合成エステル油、動植物油などを単独あるいは組み合わせて使用することができる。この潤滑油には、耐焼付き性、防錆性その他の性能を向上させるため、各種の添加剤を含有させることができる。それらの添加剤が液状である場合、それらを単独で潤滑油として使用することもできる。

## 【0030】

特に好ましい添加剤は、耐焼付き性と防錆性の向上効果が高い塩基性有機金属塩である。塩基性有機金属塩は、コロイド状に析出した過剰な金属塩（典型的には金属炭酸塩）の微粒子を多量に含有する、粘稠液状（グリス状）の物質である。この金属塩微粒子が、ピンとボックスの接触表面間に介在して、焼付きを防止することができる。塩基性有機金属塩は、液状であるので、それ単独で液体層を形成することができるが、前述した潤滑油との混合物としてもよい。

## 【0031】

塩基性有機酸金属塩としては、塩基性金属スルホネート、塩基性金属フェネート、塩基性金属サリシレート、塩基性金属カルボキシレートなどが例示される。金属塩は、アルカリ金属塩であることも可能であるが、好ましくはアルカリ土類金属塩、特にカルシウム塩、バリウム塩、またはマグネシウム塩である。塩基性有機金属塩の塩基度は、50~500 mgKOH/g の範囲が好ましい。これらの塩基性有機酸金属塩は、単独あるいは2種以上組み合わせて使用することができる。

## 【0032】

その他の添加剤も適宜使用することができる。例えば、防錆添加剤、酸化防止剤、粘度調整剤、油性向上剤、極圧添加剤などである。これらは、例えば「潤滑剤の物理化学、桜井俊男著、幸書房」に記載されているものが適用できる。

**【 0 0 3 3 】**

さらに、耐焼付き性向上あるいは被膜の乾性感を増すため、固体微粉末を添加してもよい。但し、この微粉末は極少量に抑えておかなければ、締付け・緩め時の被膜の流動性を阻害しかねない。固体微粉末の添加量は 5 % 以下が好ましい。添加する固体粉末としては、二硫化モリブデン、二硫化タングステン、黒鉛、マイカ、窒化硼素、ポリテトラフルオロエチレンなどの一般的な固体潤滑剤の他に、樹脂粉末などを用いてもよい。これらの固体微粉末の粒径は  $10\mu\text{m}$  以下であることが好ましい。粒径が大きすぎると疵の発生源となる。

**【 0 0 3 4 】**

液体層は、鉱物油、合成エステル油、動植物油および塩基性有機酸金属塩の 1 種または 2 種以上から構成することが好ましい。液体層の形成に使用するこれらの材料は、 $40^{\circ}\text{C}$  での粘度が 10 cSt 以上のものが好ましい。粘度が低すぎると、上層の固体層で封じ込めるまでの間に液体層が流れ落ちて、所定の膜厚が得られないことがある。また固体層の塗布が困難となることもある。

**【 0 0 3 5 】**

液体層の形成は常法により実施すればよい。即ち、液体層を構成する潤滑油に、所望により適宜添加剤を配合し、粘度が高すぎて塗布しにくい場合には、揮発性有機溶剤で希釈した後、ねじ継手の接触表面に、ハケ塗り、スプレー等の適当な手段で塗布することができる。溶剤を使用した場合、必要であれば加熱しながら乾燥して、溶剤を除去する。

**【 0 0 3 6 】**

溶剤としては、一般的な揮発性溶剤が使用できる。エタノール、プロパノールなどのアルコール類、キシレン、トルエンなどの有機溶媒、ミネラルスピリット、灯油、合成ナフテン、石油ベンジンなどがそれらの例である。

**【 0 0 3 7 】**

下層の液体層を形成する前に、潤滑被膜を形成すべきねじ継手の接触表面に下地処理を施してよい。この下地処理は、表面粗さの増大により潤滑被膜の保持性を向上させたり、あるいは表面の耐食性および／または硬度の増大により耐焼付き性を改善するために行うことができる。

## 【0038】

潤滑被膜の保持性を向上させるための下地処理としては、軽微な酸洗処理、サンドブラスト、リン酸マンガン処理、リン酸亜鉛処理、グラスピーニング、亜鉛ブラストなどがある。耐焼付き性向上のための下地処理としては、ニッケルメッキ、クロムメッキ、銅メッキ、亜鉛メッキ、錫メッキ、鉄メッキ、窒化、TiC、TiN、TiCN、DLC、Cr<sub>x</sub>Ny、TiBN、TiAlN、TiCrNなどの他、表面を熱処理して酸化被膜を形成させるなどの手法も使用できる。

## 【0039】

上記の下地処理を施した場合、下地処理を行ってすぐに潤滑処理行くと、下地表面の濡れ性が高く、形成された潤滑被膜の密着性または保持性が向上する。下地処理によって活性な表面が露出したり、活性な下地被膜が形成されると、潤滑被膜の物理・化学吸着性が高まるからと考えられる。下地処理から潤滑処理までの時間は短いほど良いが、1時間以内なら十分な効果が認められる。

## 【0040】

液体層の表面はべとついているので、本発明では、その上に上層として固体層を形成し、潤滑被膜表面のべとつきを抑える。この固体層は40℃で固体の潤滑性材料から構成する。固体層が40℃で液体であると、外気温が高い場合や、直射日光に曝された場合に、固体層がべたつき、所期の目的が達成されない。

## 【0041】

上層の固体層は、比較的軟質な固体有機材料の被膜層、または潤滑性粉末を緩く結合した、機械的強度が比較的低い被膜層から構成することが好ましい。これは、ねじ継手の締付け時に、締付けの初期段階で固体層が破壊された方が、下層の液体層による潤滑が有効に作用し、潤滑性能が高くなり、自己補修機能も効果的に発揮されるからである。

## 【0042】

破壊された固体層は、締付け時の摩擦熱による温度上昇により、液体層の油の中に溶け込むか、または破壊により微粉化して液体層中に分散することによって、締付け・緩めの摩擦界面での抵抗にはならないようにする。例えば、従来技術に関して説明した固体潤滑剤の粉末を樹脂で結合した固体潤滑被膜は、本発明で

使用する固体層としては機械的強度が高すぎ、締付けの初期段階では破壊されにくく、破壊されても微粉にならない。

#### 【0 0 4 3】

固体層を形成する固体有機材料としては、40℃で固体のワックス、樹脂、高級脂肪酸、高級アルコール、油脂、乾性油、半乾性油から選ばれた1種または2種以上を使用することができる。上記の温度上昇で下層液体層の油に容易に溶け込むようにするには、融点を持つ固体有機材料では融点が120℃以下であることが好ましく、融点を持たないものは120℃で流動性を示すことが好ましい。

#### 【0 0 4 4】

ワックス（ろう）は、動物性、植物性、鉱物性および合成ワックスのいずれでもよい。使用できるワックスの例としては、蜜蝋、鯨蝋（以上、動物性）、木蝋、カルナバワックス、キャンデリラワックス、ライスワックス（以上、植物性）、パラフィンワックス、マイクロクリスタリンワックス、ペトロラタム、モンタンワックス、オゾケライト、セレシン（以上、鉱物性）、酸化ワックス、ポリエチレンワックス、フィッシャー・トロプッシュワックス、アミドワックス、硬化ひまし油（カスターワックス）（以上、合成ワックス）などがある。

#### 【0 0 4 5】

高級脂肪酸としては、炭素数10以上のモノ、ジまたはトリカルボン酸が使用できる。炭化水素基は飽和と不飽和のいずれでもよい。

高級アルコールとしては、炭素数12以上の第1級、第2級または第3級アルコールが使用できる。炭化水素基は飽和と不飽和のいずれでもよい。

#### 【0 0 4 6】

樹脂の例としては、アクリル樹脂、ポリエチレン樹脂、ポリスチレン樹脂、ポリプロピレン樹脂、ポリ塩化ビニル樹脂、ポリ酢酸ビニル樹脂、アクリル樹脂に含まれるウレタン樹脂、エポキシ樹脂、ナイロン6.6、フェノール樹脂、尿素樹脂、メラミン樹脂、ケイ素樹脂などが挙げられる。

#### 【0 0 4 7】

油脂、乾性油、半乾性油については、「油脂化学便覧」（日本油化学協会編、丸善株式会社出版）などに記載されているような公知のもの、例えば亜麻仁油、

ひまし油、菜種油などが使用できる。

【0048】

上記有機材料のうち、潤滑性および破壊形態の点から、ワックスを用いて固体層を形成することが好ましい。中でも、パラフィンワックス、酸化ワックス、マイクロクリスタリンワックス、ペトロラタム、木蠟、オゾケライト、セレシンが特に好ましい。

【0049】

固体有機材料からなる固体層は、使用する有機材料（例、ワックス）を適当な揮発性溶剤に溶解するか、加熱して融解させることにより液状にし、下層の液体層の上に塗布して、上層を形成する。塗布は、やはりスプレーやハケ塗りにより行うことができる。下層の液体層と分離した上層の固体層を形成させるため、上層の形成に用いる有機材料や溶剤（使用する場合）が下層と完全には相溶しないように、下層や上層に用いる材料を選択する。また、使用する固体有機材料を粉末状に成形し、この粉末を適当な溶剤に分散させて下層の液体層の上に塗布し、加熱して溶剤を除去すると共に、粉末を熔融させて、固体層を形成することもできる。

【0050】

なお、固体層の材料は、液状化した時に液体層の材料と相溶してもよい。その場合には、後述する、固体層の材料が液体層の材料と混ざり合って全体として固体または半固体になった1層型の潤滑被膜（前述した(2)の被膜）が形成されることになる。

【0051】

固体層は、上述した固体有機材料から構成する代わりに、潤滑性粉末を緩く結合した、機械的強度が比較的低い被膜から構成することもできる。潤滑性粉末としては、二硫化モリブデン、二硫化タングステン、黒鉛、マイカ、窒化硼素、ポリテトラフルオロエチレン等の粉末を挙げることができる。また、融点が120℃より低い樹脂の粉末は、締付け中の摩擦熱による温度上昇により融解して液状化し、潤滑作用を発揮できるため、本発明においては潤滑性粉末として使用できる。そのような樹脂粉末としてはポリエチレン、ポリスチレン等の粉末がある。潤



滑性粉末の粒径は、融解しない材料の場合には、前述した理由で $10\mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。

#### 【0052】

潤滑性粉末からなる固体層は、潤滑性粉末を適当なバインダーを用いて結合することにより形成できる。バインダーとして、例えばニトロセルロース、アクリル樹脂、塩化ビニル樹脂、ポリビニルブチラール、ゴム、ふっ素樹脂などを単独またはブレンドしたものを使用し、自然乾燥で結合させることができる。その他の結合法として、各種樹脂を用いて焼付ける方法や反応硬化させる方法もあるが、下層に液体層を持つ本発明では難しい。

#### 【0053】

上記(2)に記載した本発明の別の態様によると、ピンとボックスの少なくとも一方の接触表面に、 $0^{\circ}\text{C}$ 以上、 $40^{\circ}\text{C}$ 以下の温度域で液体状態の潤滑油と、 $40^{\circ}\text{C}$ で固体状態のワックスとの混合物からなる、 $40^{\circ}\text{C}$ で固体または半固体の潤滑被膜を形成する。前述したように、この潤滑被膜は表面のべとつきが小さく、締付け時の摩擦熱によって容易にワックスが融解して、被膜全体が液体状態となり、自己補修機能を備えた優れた耐焼付き性を発揮する。

#### 【0054】

この潤滑被膜の厚みは、上記効果を十分に発揮させるには、 $1\sim 1000\mu\text{m}$ の範囲とすることが好ましく、より好ましくは $10\sim 100\mu\text{m}$ である。被膜を厚くしすぎるのは、無駄であるばかりか、環境上も好ましくない。

#### 【0055】

この潤滑被膜に使用する「 $0^{\circ}\text{C}$ 以上、 $40^{\circ}\text{C}$ 以下の温度域で液体状態の潤滑油」(以下、潤滑油)は、上記(1)の態様において下層の液体層の形成に使用できる液状潤滑剤と同様の材料でよい。即ち、この液体状態の潤滑油は、 $0\sim 40^{\circ}\text{C}$ の温度域で液体状態の鉱物油、合成エステル油、動植物油および塩基性有機酸金属塩から選んだ1種または2種以上であることが好ましく、その好ましい粘度も上記と同様である。この潤滑油に、前述したような適当な添加剤(例、防錆添加剤、酸化防止剤、粘度調整剤、油性向上剤、極圧添加剤、固体粉末等)を含有させてもよい。

**【0056】**

同様に、「40℃で固体状態のワックス」（以下、ワックス）も、上記(1)の態様におけ上層の固体層に関して説明したものと同様でよく、好ましいワックスの種類も同様である。ワックスの融点は、40℃より高く、前述した理由で、好ましくは120℃以下である。

**【0057】**

ワックスに加えて、融点が40℃で固体状態である樹脂、高級脂肪酸、高級アルコール、油脂、乾性油、半乾性油から選んだ1種または2種以上（以下、固体添加剤）を添加することができる。固体添加剤の添加量（2種以上の場合は合計量）は、重量でワックスの量を超えないようにすることが好ましい。乾性油や半乾性油を添加すると、被膜が半固体状態になるまでに時間を要するので、その添加量はあまり多くしない方がよい。

**【0058】**

潤滑油とワックス（および固体添加剤、添加する場合のみ）の配合割合は、塗布後に固体または半固体の潤滑被膜が形成されるように選択する。潤滑油の量が多すぎると、被膜が液体状態のままとなる。好ましい配合割合は、潤滑油：ワックスの質量比が1：4～1：0.05の範囲内である。

**【0059】**

潤滑油とワックスとの混合物からなる潤滑被膜は、ワックス（および、使用すればその他の固体添加剤）を液状化して、潤滑油と混合した塗布組成物を調製し、それをねじ継手の接触表面に塗布することにより形成することができる。ワックス等の固体成分の液状化は、溶剤を使用するか、加熱融解により行うことができる。加熱融解する場合、必ずしもワックスの融点以上の温度に加熱する必要はない。潤滑油の共存により、それより低温への加熱でも、塗布組成物が液状化することがある。

**【0060】**

溶剤としては、一般的な揮発性溶剤が使用できる。例えば、エタノール、プロパノールなどのアルコール類、キシレン、トルエンなどの有機溶媒、ミネラルスピリット、灯油、合成ナフテン、石油ベンジンなどが例示される。使用する溶剤

は、ワックス等の固体成分を溶解でき、かつ使用する潤滑油とも相溶性があるものから選択する。ワックス等の固体成分を加熱融解して潤滑油と混合することにより塗布組成物を形成する場合には、溶剤は必ずしも必要ないが、この場合でも、低粘度化のために適当な溶剤で希釈してもよい。

#### 【0061】

塗布は、ハケ塗り、スプレーなどの適当な方法で行うことができる。塗布前に、前述したように、塗布すべきピンおよび／またはボックスの接触表面を下地処理してもよい。溶剤を使用した場合には、塗布後に、必要であれば加熱しながら塗膜を乾燥して溶媒を除去する。塗膜が常温まで冷えると、潤滑油とワックスが混ざりあった半固体または固体の潤滑被膜が生成する。これは、既に述べたが、ワックスが潤滑油と適度に相溶した状態で固化するためであると考えられる。この潤滑被膜の表面はべとつきが小さく、異物が付着しにくい。

#### 【0062】

本発明に係る鋼管用ねじ継手は、接触表面上に形成した潤滑被膜が、前述した(1)と(2)のいずれであっても、被膜表面のべとつきが小さく、異物を付着させにくいので、異物の付着による耐焼付き性の低下を防止することができる。また、単に潤滑油を塗布するのとは異なり、(1)の場合には固体層による被覆、(2)の場合は固体化または半固体化により、多量の液状潤滑油を接触表面に保持することができる。締付け・緩め時には、(1)の場合には下層の液体層により、(2)の場合には、発生する摩擦熱で被膜全体が液状化することにより、液状潤滑剤による優れた潤滑作用および自己修復機能が発揮される。その結果、締付けごとにコンパウンドグリスを塗布するといった操作が不要で、たとえ少量の異物が存在していても繰り返しの締付け・緩めが可能な、優れた耐焼付き性を得ることができる。

#### 【0063】

本発明の鋼管用ねじ継手は、上記潤滑被膜が防錆性にも優れているため、長期間保管した場合の錆の発生も防止できる。しかし、所望により、ピンおよび／またはボックスに気密性の高いプロテクターなどの保護部材を取り付けることもできる。

## 【0064】

## 【実施例】

以下の実施例では、外径7インチ(17.8 mm)の13Cr鋼製油井管の管端外面に形成されたピンと、これに嵌合する、同じく13Cr鋼製ねじ継手部材の内面に形成されたボックスとからなるねじ継手を用いて、繰り返し締付け・緩め試験を行った。このねじ継手は、ピンとボックスのいずれもねじ部とねじ無し金属接触部とを有する、メタルシールが可能なものであった。また、材料の13Cr鋼は高合金鋼の1種であり、焼付きが起り易い材料である。

## 【0065】

以下の説明では、ピンのねじ部及びねじ無し金属接触部を単に「ピン表面」と称し、ボックスのねじ部及びねじ無し金属接触部を単に「ボックス表面」と称する。実施例では、いずれもボックス表面（即ち、ボックスのねじ部とねじ無し金属接触部）だけに潤滑被膜を形成した。

## 【0066】

## (実施例1)

本実施例は、下層の液体層と上層の固体層の2層からなる潤滑被膜をねじ継手の接触表面（具体的にはボックスの接触表面）に形成した、本発明に係る鋼管用ねじ継手を例示する。

## 【0067】

ピン表面には、下地処理としてリン酸亜鉛被膜（膜厚約 $15\mu\text{m}$ ）を施した。

ボックス表面には、下地処理としてショットブラストを施した後、それから1時間以内に、表1に示すようにして、液体層と固体層からなる2層の潤滑被膜を形成した。

## 【0068】

表1において、液体層の材料に関する粘度の値はいずれも40℃での値である。液体層が塩基性有機酸金属塩（BaまたはCaスルホネート）である場合、これを揮発性溶剤（キシレン）で希釈してから塗布に供した。また、固体層がマイカ粉末からなる場合、マイカをニトロセルローズ溶液に分散させ、表面にスプレー塗布した。塗布した層と下層の液体層が混ざり合うことなく塗布され、塗膜に含まれ

ている水分が蒸発すると、マイカがニトロセルロースで結合された固体層が形成された。

#### 【0069】

上記のようにピンおよびボックスの接触表面が処理されたねじ継手を、実管と同様の繰り返し締付け・緩め試験に供した。その際の締付け・緩めの回転速度は 20 rpm であり、締付けトルクは 15,000 ft・lbs (約 20,000 J) であった。締付け・緩めは、焼付きが発生するまで繰り返した。その際、手入れすれば締付けが可能で軽度の焼付きについては、手入れにより締付けを続行した。この試験において、焼付きまでの締付け・緩め回数が 10 回以上であれば、耐焼付き性が合格である。

#### 【0070】

別に、べとつき性を評価するため、13Cr 鋼製のブロック試験片 (20 mm 角、厚さ 10 mm) の片面に、上記のボックス用の下地処理を施した後、表 2 と同じ条件でボックス用の潤滑被膜 (即ち、液体層と固体層からなる 2 層潤滑被膜) を形成した。その際に、液体層と固体層の各層の形成後に試験片を精密天秤で秤量して、液体層の塗布量と固体層の付着量を算出し、表 1 に表示した。また、これらの付着量および塗布量と、各層のおよその密度から、各層の膜厚みを算出し、同じく表 1 に表示した。

#### 【0071】

得られた試験片を、その潤滑被膜を下向きにして、図 2 に示すように、鉄粉を敷きつめたシャーレの上に置き、1 分後に試験片を取り出して、表面に付着した鉄粉の重量を精密天秤で測定した。この付着量の大小でべとつき性を評価した。べとつき評価試験の結果も表 2 に併せて示す。付着量が  $5 \text{ g/m}^2$  以下を合格とする。これは、これまでの知見で、局部的なら、 $5 \text{ g/m}^2$  相当までスケールが付着しても焼付きを生じないことが分かっているからである。

#### 【0072】

【表 1】

区分	試験 No.	ボックス表面の潤滑処理法	層厚み ( $\mu\text{m}$ )	
			液体層	固体層
本 発 明 例	1	鉱物油 (粘度100cSt) をハケ塗り (塗布量は約 $0.5\text{g}/\text{m}^2$ )。その上にマイカ粉末を塗布 (付着量は約 $3\text{g}/\text{m}^2$ )。	約0.6	約1
	2	鉱物油 (粘度100cSt) をハケ塗り (塗布量は約 $10\text{g}/\text{m}^2$ )。その上にマイカ粉末を塗布 (付着量は約 $10\text{g}/\text{m}^2$ )。	約11	約3
	3	全塩基度200 mgKOH/g のBaスルホネート (粘度200cSt) をハケ塗り (塗布量は約 $10\text{g}/\text{m}^2$ )。その上にマイカ粉末を塗布 (付着量は約 $10\text{g}/\text{m}^2$ )。	約11	約3
	4	合成モノエステル (ブチルステアレート) (粘度50 cSt) をハケ塗り (塗布量は約 $2\text{g}/\text{m}^2$ )。その上に、90℃に加熱して溶融させた酸化ワックス (融点65℃) をハケ塗り (付着量は約 $100\text{g}/\text{m}^2$ )。	約3	約50
	5	全塩基度400 mgKOH/g のCaスルホネート (粘度300cSt) をハケ塗り (塗布量は約 $10\text{g}/\text{m}^2$ )。その上に、90℃に加熱して溶融させた酸化ワックス (融点65℃) をハケ塗り (付着量は約 $10\text{g}/\text{m}^2$ )。	約11	約5
比 較 例	6	90℃に加熱して溶融させた酸化ワックス (融点65℃) (粘度90℃で約10 cSt) をハケ塗り (付着量は約 $10\text{g}/\text{m}^2$ )。	なし	約5
	7	全塩基度200 mgKOH/g のBaスルホネート (粘度200cSt) をハケ塗り (塗布量は約 $10\text{g}/\text{m}^2$ )。	約11	なし

【0073】

【表 2】

区分	試験 No.	繰り返し付け・緩戻し試験		べとつき性評価試験	
		焼付きまでの締付け回数	評価	鉄粉付着量 ( $\text{g}/\text{m}^2$ )	評価
本 発 明 例	1	10	○	4.1	○
	2	11	○	4.1	○
	3	14	○	3.9	○
	4	12	○	2.2	○
	5	16	○	2.4	○
比 較 例	6	5	×	2.0	○
	7	14	○	10.3	×

## 【0074】

表2からわかるように、固体層のみの比較例（試験No.6）では、べとつき性は小さいが、締付け・緩めが5回しかできず、耐焼付き性が不十分であった。一方、液体層のみの比較例（試験No.7）では、耐焼付き性は十分であるが、べとつきが不合格となった。

## 【0075】

これに対し、本発明に従った試験No.1～5のねじ継手は、耐焼付き性とべとつきのいずれも十分に要求性能を満たしていた。特に、液体層を塩基性有機酸金属塩から形成した試験No.3および5のねじ継手の耐焼付き性がより高くなった。液体層の形成材料が同じである試験No.3と試験No.7の耐焼付き性の結果が同じであることからわかるように、液体層の上に固体層を形成しても、液体層に由来する優れた潤滑性が固体層によって阻害されることはない。

## 【0076】

## （実施例2）

本実施例は、潤滑油とワックスとの混合物からなる潤滑被膜をねじ継手の接触表面（具体的にはボックスの接触表面）に形成した、本発明に係る鋼管用ねじ継手を例示する。

## 【0077】

ピン表面には、実施例1と同様の下地処理を施した。

ボックス表面には、実施例1と同様の下地処理を施した後、それから1時間以内に、表3に示すようにして、潤滑油とワックスと場合により第3成分の混合物からなる潤滑被膜を形成した。表3における潤滑油の粘度の値は、表1と同様に、40℃での値である。また、表3に示した各成分の配合比率は質量比である。

## 【0078】

上記のようにピンおよびボックスの接触表面が処理されたねじ継手の耐焼付き性を、実施例1と同様にして、繰り返し締付け・緩め試験により評価した。

また、べとつきについても、実施例1と同様の試験法により評価した。以上の試験結果を表4にまとめて示す。なお、表4には、べとつき評価試験のためにブロック状試験片に形成した潤滑被膜の付着量とその略密度から求めた、潤滑

被膜の厚みも示す。

【0079】

【表3】

区分	試験 No.	ボックス表面の潤滑処理法
本 発 明 例	1	粘度100 cSt のパラフィン系鉱油と融点45℃のペトロラタムを3:1 の比率で配合した組成物を30℃に加熱して液状にし、ハケ塗りで塗布。
	2	合成ナフテン（溶剤）、粘度60 cStの合成モノエステル、融点70℃のパラフィンワックスを2:2:1 の比率で配合した液状組成物をスプレー塗布し、常温乾燥で溶剤を蒸発。
	3	粘度200 cSt のCaスルホネート（塩基度200 mgKOH/g）と、融点70℃のパラフィンワックスと、平均粒径約1 μmのポリスチレン樹脂粉末とを、10:1:10.1 の比率で配合した組成物を130℃に加熱して液状にし、ハケ塗りで塗布。
	4	ミネラルスピリットと、粘度150 cSt のCaフェネート（塩基度180 mgKOH/g）と、融点80℃の酸化ワックスと、平均粒径3 μmのエポキシ樹脂粉末を、2:4:1:0.1 の比率で配合した液状組成物をスプレー塗布し、常温乾燥で溶剤を蒸発。
	5	粘度100 cSt のCaサリシレート（塩基度150 mgKOH/g）と融点65℃の酸化ワックスを4:1 の比率で配合した組成物を130℃に加熱して液状にし、ハケ塗りで塗布。
	6	灯油（溶剤）、粘度60 cStのCaスルホネート（塩基度150 mgKOH/g）、融点69℃のパラフィンワックスを2:3:1 の比率で配合した液状組成物をスプレー塗布し、常温乾燥で溶剤を蒸発。
比 較 例	7	粘度200 cSt のCaスルホネート（塩基度200 mgKOH/g）と融点115℃のポリプロピレンを1:5 の比率で配合した組成物を130℃に加熱して液状にし、ハケ塗りで塗布。
	8	キシレン（溶剤）、粘度150 cSt のBaフェネート（塩基度100 mgKOH/g）、融点105℃のポリスチレンを2:1:0.005 の比率で配合した液状組成物をスプレー塗布し、常温乾燥で溶剤を蒸発。

【0080】



【表 4】

区分	試験 No	潤滑被膜 厚み ( $\mu\text{m}$ )	締付け・緩戻し試験		べとつき性評価試験	
			焼付きまでの締付け回数	評価	付着量 ( $\text{g}/\text{m}^2$ )	評価
本 発 明 例	1	2	11	○	3.1	○
	2	1	12	○	2.4	○
	3	10	15	○	4.0	○
	4	100	16	○	2.9	○
	5	200	15	○	3.1	○
	6	50	16	○	2.4	○
比 較 例	7	100	2	×	0.6	○
	8	30	12	○	10.3	×

## 【0081】

表4からわかるように、本発明に従って、潤滑油をワックスとの混合物からなる潤滑被膜を形成したねじ継手では、耐焼付き性とべとつきのいずれも十分に要求性能を満たしていた。この実施例でも、潤滑油として塩基性有機酸金属塩を使用した試験No.3～6のねじ継手の耐焼付き性がより高くなった。

## 【0082】

一方、ワックスではなく、樹脂を潤滑油に混合した潤滑被膜を形成した比較例では、耐焼付き性が不十分になるか（試験No.7）またはべとつきが不合格（試験No.8）であり、それらが両立しなかった。

## 【0083】

## 【発明の効果】

本発明により、高合金の継手、内径の大きな油井管、或いはシール性を高めてねじ部での干渉量の高い継手といった、焼付きが比較的起こり易いねじ継手においても、締付け・緩めを繰り返した際の焼付きを防止することができる、耐焼付き性に優れた鋼管用ねじ継手が提供される。また、液状潤滑剤のように表面に異物が付着する問題がなく、異物付着による耐焼付き性の低下が防止されると同時に、ねじ継手の取扱いも容易となる。

**【図面の簡単な説明】****【図 1】**

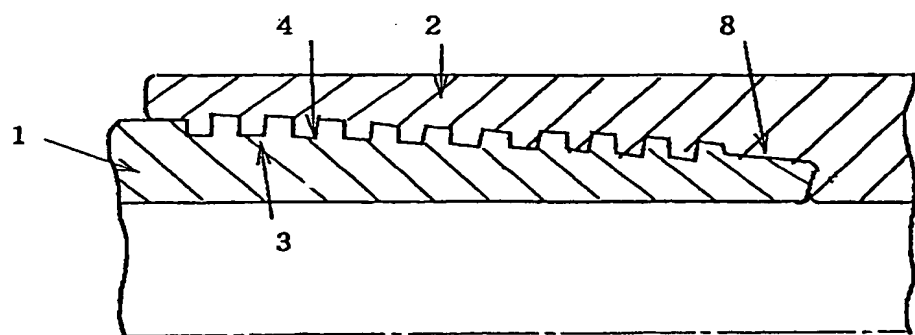
ねじ部とねじ無し金属接触部とを備える鋼管用ねじ継手を模式的に示す断面図である。

**【図 2】**

実施例でべとつきを評価するために実施した試験法を示す説明図である。

【書類名】 図面

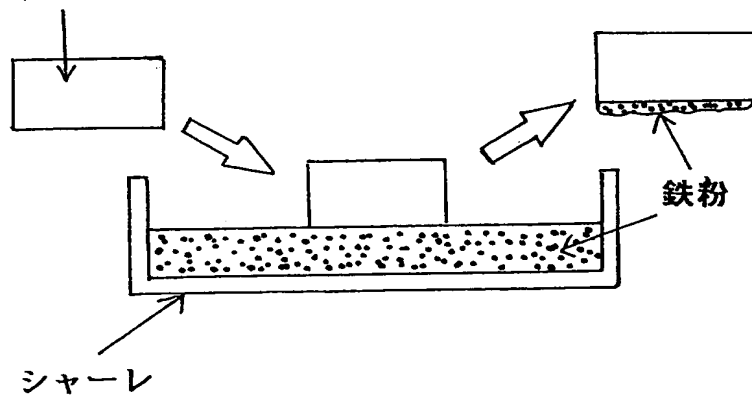
【図 1】



1 : ピン    2 : ボックス    3 : 雄ねじ    4 : 雌ねじ  
8 : ねじなし金属接触部

【図 2】

ブロック試験片



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 それぞれねじ部 3 または 4 とねじ無し金属接触部 8 とを有する接触表面を備えたピン 1 とボックス 2 とから構成される鋼管用ねじ継手において、液状潤滑による自己補修機能を示し、かつ表面のべとつきが抑制された潤滑被膜をねじ継手の接触表面に形成して、ねじ継手に優れた耐焼付き性を付与する。

【解決手段】 ボックスとピンの少なくとも一方の接触表面に、(1) 0℃以上、40℃以下の温度域で液体状態の潤滑層と、その上に形成された40℃で固体状態の潤滑層とからなる潤滑被膜、または(2) 0℃以上、40℃以下の温度域で液体状態の潤滑油と、40℃で固体状態のワックスとの混合物とからなる、40℃で固体または半固体の潤滑被膜を形成する。

【選択図】 図 1

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2002-159563
受付番号	50200791605
書類名	特許願
担当官	第四担当上席 0093
作成日	平成14年 6月 3日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成14年 5月31日
-------	-------------

次頁無

特願 2 0 0 2 - 1 5 9 5 6 3

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [ 0 0 0 0 0 2 1 1 8 ]

1. 変更年月日 1 9 9 0 年 8 月 1 6 日

[変更理由] 新規登録

住 所 大阪府大阪市中心区北浜 4 丁目 5 番 3 3 号

氏 名 住友金属工業株式会社